






# METHOD OF PRODUCING SHAPED CELLULOSIC ARTICLES

**Patent number:** AT395724B  
**Publication date:** 1993-02-25  
**Inventor:**  
**Applicant:** CHEMIEFASER LENZING AG (AT)  
**Classification:**  
**- international:** D01F2/02  
**- european:** C08B1/00B; C08L1/02; D01F2/00  
**Application number:** AT19900002482 19901207  
**Priority number(s):** AT19900002482 19901207

## Also published as:

 EP0490870 (A2)  
 US5216144 (A1)  
 JP6108305 (A)  
 FI915573 (A)  
 EP0490870 (A3)

more >>

**Report a data error here**

Abstract not available for AT395724B

Abstract of corresponding document: **US5216144**

Shaped cellulosic bodies and especially cellulosic fibers or filaments are produced by precipitating cellulose from a solution containing cellulose and NMMO. To allow elevated concentrations of NMMO in the precipitating bath without detriment to the properties of the fibers or filaments produced, the temperature of the precipitating bath is held at most at 0 DEG C.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(12)

# PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 2482/90

(51) Int.Cl.<sup>5</sup> : D01F 2/02

(22) Anmeldetag: 7.12.1990

(42) Beginn der Patentedauer: 15. 7.1992

(45) Ausgabetag: 25. 2.1993

(73) Patentinhaber:

LENZING AKTIENGESELLSCHAFT  
A-4860 LENZING, OBERÖSTERREICH (AT).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON CELLULOSEFORMKÖRPERN

(57) Zur Herstellung von Celluloseformkörpern aus einer Lösung von Cellulose in N-Methylmorpholin-N-oxid (NMO) und Wasser wird die Lösung geformt und anschließend die Cellulose in einem Fällbad, das Wasser und NMO enthält, ausgefällt. Erfindungsgemäß beträgt die Temperatur des Fällbades höchstens 0 °C; dadurch kann die NMO-Konzentration im Fällbad erhöht werden, ohne die Eigenschaften der hergestellten Celluloseformkörper zu verschlechtern.

AT 395 724 B

INR 09783018

BEST AVAILABLE COPY

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Celluloseformkörpern aus einer Lösung von Cellulose in N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) und Wasser, bei dem die Lösung geformt und anschließend die Cellulose in einem Fällbad, das Wasser und NMMO enthält, ausgefällt wird.

Es ist z. B. aus der US-PS 4 196 282 bekannt, eine Lösung von Cellulose in N-Methylmorpholin-N-oxid (im folgenden mit NMMO abgekürzt) und Wasser herzustellen. Celluloselösungen werden z. B. zur Herstellung von Cellulosefasern oder anderen Formkörpern auf Cellulosebasis benötigt. Zu diesem Zweck wird die Lösung durch Spindüsen in ein Fällbad extrudiert. Die Verwendung eines Gemisches von NMMO und Wasser als Lösungsmittel hat verschiedene Vorteile; vor allem ist hervorzuheben, daß ein (nahezu) geschlossener Lösungsmittelkreislauf möglich ist, sodaß die Umweltbelastung sehr gering gehalten werden kann.

Beim NMMO-Prozeß wird die in NMMO und Wasser gelöste Cellulose in einem NMMO-haltigen Fällbad koaguliert. Die Faser wird dann gewaschen, das Waschwasser in das Fällbad rückgeführt und das Fällbad wird eingedampft. Das Destillat wird zum Waschen der Faser verwendet (s. o.), und das NMMO-Konzentrat wird wiederum zur erneuten Lösungsherstellung verwendet.

Im Fällbad war die NMMO-Konzentration bisher auf ca 20 % bis 25 % limitiert, da bei höheren Konzentrationen die textilmechanischen Eigenschaften der Faser beeinträchtigt wurden. Es wäre jedoch wünschenswert, die NMMO-Konzentration im Fällbad zu heben, um anschließend weniger Wasser aus dem Fällbad verdampfen zu müssen.

Es ist somit Aufgabe der vorliegenden Erfindung, das Verfahren der eingangs genannten Art so auszugestalten, daß auch bei hohen NMMO-Konzentrationen im Fällbad gute Fasereigenschaften erhalten werden. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Temperatur des Fällbades höchstens 0 °C beträgt.

Überraschenderweise wurde nämlich gefunden, daß man NMMO-Konzentrationen bis über 40 % im Fällbad anwenden kann, wenn man die Fällbadtemperatur auf unter 0 °C herabsetzt.

Anhand der folgenden Beispiele wird die Erfindung mit dem Stand der Technik verglichen, um die oben aufgestellten Behauptungen zu untermauern.

#### Beispiele 1 bis 6:

2276 g Zellstoff (Feststoff- oder Trockengehalt 94 %, DP 750 [DP = Durchschnittspolymerisationsgrad],  $\alpha = 98$  %) und 0,02 % Gallussäurepropylester werden in 26139 g 60 %-iger wäßriger N-Methylmorpholin-N-oxid-Lösung suspendiert; danach wird während 2 Stunden bei 100 °C und einem Vakuum von 50 bis 300 mbar 9415 g Wasser abdestilliert. Die dabei entstandene Spinnlösung hatte folgende Zusammensetzung: Cellulose: 10 %, Wasser: 12 %, NMMO: 78 %. Sie wurde durch eine Düse mit 589 Löchern (Düsenlochdurchmesser 130 µm) gepreßt. Die Spinntemperatur betrug dabei 75 °C. Die entstandenen Fasern wurden - nach Verstreckung in einem Luftspalt - in einem NMMO-haltigen Fällbad ausgefällt. Der Titer, die NMMO-Konzentration im Fällbad und die Temperatur des Fällbades sind für die einzelnen Beispiele in Tabelle 1 angegeben; aus dieser Tabelle sind auch die sich jeweils ergebenden Fasereigenschaften zu entnehmen. Dabei bedeutet:

FFk Faserfestigkeit (konditioniert)  
FDk Faserdehnung (konditioniert)  
SF Schlingenfestigkeit

Tabelle 1

Beispiel	Titer dtex	Fällbad- Konzentration %	Fällbad- Temperatur °C	FFk cN/tex	FDk %	SF cN/tex
1	1,62	0	15	47,8	10,9	18,1
2	1,65	21	11	46,4	11,4	17,8
3	1,62	40	14	41,4	8,6	12
4	1,63	19,5	0	49	12,4	19,5
5	1,68	30	-2,1	47,1	11,8	19,5
6	1,85	40	-1,3	45,5	12,2	21,9

Beispiele 1 und 2 entsprechen dem Stand der Technik; es wird im Fällbad reines Wasser (Beispiel 1) bzw. Wasser mit ca. 20 % NMMO (Beispiel 2) verwendet; die Fällbadtemperaturen sind relativ hoch (15 bzw. 11 °C). Die in diesen Fällbädern ausgefällten Cellulosefasern haben befriedigende Eigenschaften. Bei Beispiel 3 wurde versucht, die NMMO-Konzentration im Fällbad auf 40 % anzuheben; dadurch werden die Fasereigenschaften aber deutlich schlechter. Beispiele 4 bis 6 sind erfindungsgemäße Beispiele, das heißt die Temperaturen betragen höchstens 0 °C. Wie man sieht, wirkt sich bei diesen Temperaturen eine Erhöhung der NMMO-Konzentration im Fällbad wesentlich weniger auf die Fasereigenschaften aus; so ist z. B. die Faser nach Beispiel 5 durchaus gleichwertig mit der nach Beispiel 1.

#### PATENTANSPRUCH

Verfahren zur Herstellung von Celluloseformkörpern aus einer Lösung von Cellulose in N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) und Wasser, bei dem die Lösung geformt und anschließend die Cellulose in einem Fällbad, das Wasser und NMMO enthält, ausgefällt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des Fällbades höchstens 0 °C beträgt.